(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号 特開2001-220362 (P2001-220362A)

(43)公開日 平成13年8月14日(2001.8.14)

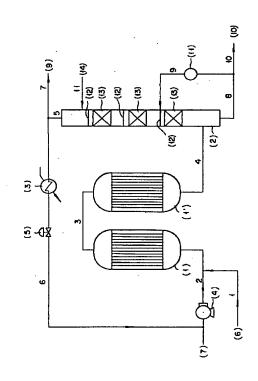
/07	0000		
	C 0 7 C 57	7/07	4H006
/25	51	51/25	
/42	51/42		
57/05		57/05	
	審査請求	未請求 請求項の数9	OL (全 11 頁)
特願2000-363600(P2000-363600)) (71)出願人	000004628	
		株式会社日本触媒	
(22)出顧日 平成12年11月29日(2000.11.29)		大阪府大阪市中央区高	超橋4丁目1番1号
	(72)発明者	西村 武	
番号 特願平11-343442		兵庫県姫路市網干区興浜字西沖992番地の	
平成11年12月2日(1999.12.2)		1 株式会社日本触媒体	勺
(33)優先権主張国 日本 (JP)	(72)発明者	松本 行弘	
	:	兵庫県姫路市網干区興浜字西沖992番地の	
		1 株式会社日本触媒体	勺
	(74)代理人	100072349	
		弁理士 八田 幹雄	(外4名)
			最終頁に続く
	7/42 7/05 特願2000-363600(P2000-363600) 平成12年11月29日(2000.11.29) 番号 特願平11-343442 平成11年12月2日(1999.12.2)	特願2000-363600(P2000-363600)	51/42 57/05

(54) 【発明の名称】 排出用ガス配管の閉塞防止方法

(57)【要約】 (修正有)

【課題】 捕集工程で発生する排ガスを反応工程に循環させる場合の排ガス用配管の閉塞を防止する。

【解決手段】 (メタ)アクリル酸の反応工程とその捕集工程とを含む(メタ)アクリル酸の製造方法において、捕集塔2より排出したガスの一部または全量を排ガスライン5,7を介して反応器1,1に循環しまたは廃棄する際に、排ガスを熱交換3で昇温しかつ圧縮機4で圧縮する排ガス配管の閉塞防止方法。特に捕集塔からの排ガス温度を30~70℃に規定することで、排ガス中に含まれる水分、低沸物、昇華性物質の含有量を低減することができ、配管の昇温と加圧と相まって、配管内の閉塞、腐蝕を有効に防止する。該捕集工程で発生する排ガスを反応工程に循環させる排ガス用配管の閉塞を防止する。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 少なくとも (メタ) アクリル酸の接触気 相酸化反応工程とその捕集工程とを含む(メタ)アクリ ル酸の製造方法において、

該捕集工程で排出したガスの一部または全量を排ガス配 管を介して該反応工程に循環しまたは廃棄する際に、該 排ガスを捕集工程排ガス温度と同温度に維持するかそれ より昇温することを特徴とする、排ガス配管の閉塞防止

とする、請求項1記載の排ガス配管の閉塞防止方法。

【請求項3】 該捕集工程の排ガス出口温度が30~7 0℃であることを特徴とする、請求項1または2記載の 排ガス配管の閉塞防止方法。

【請求項4】 該昇温温度が、0~50℃であることを 特徴とする、請求項1~3のいずれかに記載の排ガス配 管の閉塞防止方法。

【請求項5】 該排ガスの線速が5~40m/sである ことを特徴とする、請求項1~4のいずれかに記載の、 排ガス配管の閉塞防止方法。

【請求項6】 該昇温が、熱交換器を用いて該排ガスを 昇温することを特徴とする請求項4記載の排ガス配管の 閉塞防止方法。

【請求項7】 該昇温を実施する前および/または後 に、ミストを分離除去することを特徴とする請求項1~ 6のいずれかに記載の排ガス配管の閉塞防止方法。

【請求項8】 少なくとも(メタ)アクリル酸の接触気 相反応工程とその捕集工程とを含む(メタ)アクリル酸 の製造方法において、該捕集工程の排ガス出口温度が3 0~70℃の排ガスの一部または全量を排ガス配管を介 30 して該反応工程に循環する際に、該排ガスを捕集工程排 ガス温度と同温度に維持するかそれより昇温し、かつ圧 縮することを特徴とする、(メタ)アクリル酸の製造方

【請求項9】 該昇温を実施する前および/後に、ミス トを分離除去することを特徴とする請求項8記載の(メ タ)アクリル酸の製造方法。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、接触気相酸化反応 で得た反応ガスから(メタ)アクリル酸を捕集する工程 を有する(メタ)アクリル酸の製造方法において、該捕 集工程で発生する排ガスを廃棄し、または接触気相酸化 反応の反応器に循環する際に、該排ガスを昇温しかつ加 圧することを特徴とする排ガス配管の閉塞防止方法、お よび該排ガスを昇温および加圧して反応工程に循環使用 する (メタ) アクリル酸の製造方法に関する。

[0002]

【従来の技術】アクリル酸やメタクリル酸等の易重合性 物質は、工業的な製造原料であり大規模なプラントで大 50

量に生産される化学物質である。一般に、化合物は高純 度の製品を得るために種々の捕集、精製工程を経ること が多く、各工程で排ガスが発生する。

【0003】例えば、プロピレン、プロパン、イソブチ レン、メタクロレイン等を酸化触媒の存在下に分子状酸 素含有ガスにより接触気相酸化すると、目的物である

(メタ) アクリル酸の他にアルデヒドなどの目的物より 低沸点の物質、テレフタル酸、安息香酸等の目的物より 髙沸点のカルボン酸やタール状物質等の副生物が生成す 【請求項2】 更に、該排ガスが圧縮されるととを特徴 10 る。このため、得られた混合ガスを(メタ)アクリル酸 捕集塔に導いて(メタ)アクリル酸捕集液と接触させて 吸収捕集し、(メタ)アクリル酸とその他の副生物を含 む溶液を得て、この溶液からその他の蒸留法により(メ タ)アクリル酸を分離、精製して製品を得ている。特 に、上記プロピレンなどの接触気相酸化反応において は、プロピレンなどに加えて酸素ガス、不活性ガス等を 所定の組成に調整した原料ガスを反応器に供給して(メ タ)アクリル酸を製造するため、(メタ)アクリル酸の 捕集塔塔頂からガス成分が継続的に排出される。

> 【0004】とのような排ガスは燃焼工程を経て廃ガス 20 として処理できるが、例えば特開平9-157213号 公報には、該アクリル酸捕集塔から排出されるガスを酸 化反応工程へリサイクルする一応の利用方法が開示され

【0005】とのように、プロピレンなどを接触気相酸 化して得られる (メタ) アクリル酸含有ガスを捕集塔に 導いて液捕集することは(メタ)アクリル酸製造プロセ スにおいて一般に行なわれている。そして、液捕集後、 捕集塔頂部から得られる残ガスは、気相酸化反応器にリ サイクルして希釈ガスとして再利用したり、あるいは廃 ガスとして処理することが行なわれている。

[0006]

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、との様 な排ガスには接触気相酸化反応によって副生されたテレ フタル酸等の昇華性物質やホルムアルデヒド等の低沸点 物質、原料ガスと共に反応器に供給された二酸化炭素や 窒素ガス等の不活性ガス、分子状酸素および水などがあ るため、該(メタ)アクリル酸捕集塔から排出されるガ スを排ガス配管を介して接触酸化反応工程に循環させる 40 と、排ガスに含まれる低沸物のホルムアルデヒドなどが 重縮合し、該ガス配管を閉塞させることがある。

【0007】また、反応工程に含まれる水分や、(メ タ)アクリル酸の捕集工程で使用する水分が該捕集工程 で排ガスとして排出されるため、これが排ガス配管中に 付着して圧縮機が摩食し、特に配管内に配置される送風 機に付着すると送風機能の低下を招く等の障害が発生す る。とのため、定期的な内部点検や重縮合物の除去、腐 蝕設備の取り替えなどが必要となり連続運転の支障とな

【0008】一方、接触気相酸化反応では、原料ガスが

爆発燃焼性を有するため、爆発範囲外の組成を供給する ことが望ましく、該混合ガス中には不活性ガスが高濃度 で含有されている。このため、接触気相酸化反応後のこ れらガス成分を大気中に放出したのでは、不活性ガスが 二酸化炭素の場合には、地球温暖化の観点から好ましく ないのは当然であるが、経済的にも不利である。

[0009]

【課題を解決するための手段】本発明者は、(メタ)ア クリル酸捕集塔から排出されるガス成分を詳細に検討し た結果、該排ガスを昇温しかつ加圧することでガス配管 10 内の閉塞を防止できることを見出し本発明を完成させ た。即ち、上記課題は、以下の(1)~(2)によって 達成される。

【0010】(1) 少なくとも(メタ)アクリル酸の 接触気相酸化反応工程とその捕集工程とを含む(メタ) アクリル酸の製造方法において、該捕集工程で排出した ガスの一部または全量を排ガス配管を介して該反応工程 に循環しまたは廃棄する際に、該排ガスを捕集工程排ガ ス温度と同温度に維持するかそれより昇温することを特 徴とする、排ガス配管の閉塞防止方法。

【0011】(2) 少なくとも(メダ)アクリル酸の 接触気相反応工程とその捕集工程とを含む(メタ)アク リル酸の製造方法において、該捕集工程の排ガス出口温 度が30~70℃の排ガスの一部または全量を排ガス配 管を介して該反応工程に循環する際に、該排ガスを捕集 工程排ガス温度と同温度に維持するかそれより昇温し、 かつ圧縮することを特徴とする、(メタ)アクリル酸の 製造方法。

[0012]

【発明の実施の形態】本発明の第一は、少なくとも(メ タ)アクリル酸の接触気相酸化反応工程とその捕集工程 とを含む(メタ)アクリル酸の製造方法において、該捕 集工程で排出したガスの一部または全量を排ガス配管を 介して該反応工程に循環しまたは廃棄する際に、該排ガ スを捕集工程排ガス温度と同温度に維持するかそれより 昇温するととを特徴とする、排ガス配管の閉塞防止方法

【0013】(メタ)アクリル酸は連続運転によって大 量に製造されることが一般的であり、捕集工程で発生し た排ガスを反応工程に循環させる配管も長くかつ曲部を 40 有する。従って、易重合性物質による重合を防止するた め、昇温によって易重合性物質のガス状態を維持して重 合を防止すると共に、ガス成分を加圧することでガス成 分の滞留を防止し、重合物の付着を防止し、含まれる水 分などによる腐蝕、水分付着による送風機構の低下を防 止することができる。以下、本発明を詳細に説明する。 【0014】まず、本発明の(メタ)アクリル酸の反応 工程とは、(メタ)アクリル酸を生成する工程であれば 特に制限はないが、接触気相酸化反応であることが好ま しい。捕集塔からの排ガスの再利用に際し、成分組成が 50 0、e=0. $001\sim5$ 、 $f=0\sim5$ 、 $g=0\sim30$ で

不活性ガスと類似し、かつ該ガスの圧力や温度等の調整 が容易だからである。

【0015】具体的には、多管式反応器等の反応器に、 プロピレン、プロパン、イソブチレン、メタクロレイン 等を酸化触媒を存在させて、分子状酸素含有ガス、不活 性ガスを所定量供給させて接触気相酸化反応を行う。例 えば、プロピレンを使用するとアクロレインが生成さ れ、これを更に接触気相酸化反応することでアクリル酸 を得ることができるが、本発明の反応工程としては、こ れらを1つの反応器で行う一段法であるか、異なる反応 器でそれぞれ行う2段法であるかは問わない。また、使 用する原料ガス、酸化触媒、不活性ガス、酸素ガス、反 応温度などの(メタ)アクリル酸の反応条件は、従来公 知の(メタ)アクリル酸の反応工程の何れの条件をも適 用することができる。

【0016】例えば、原料ガスとしては、プロピレン、 プロパン、イソプチレン、t-ブタノール、メチルーt -ブチルエーテルの何れかまたはこれらの2種以上を混 合して用いることができる。これら原料成分は、反応器 20 に供給する原料ガスの1~15体積%である。また、該 原料ガスには、酸化反応を行わせるため分子状酸素比を 原料に対し1~3、残りは二酸化炭素、水蒸気等の不活 性ガスである。

【0017】接触気相酸化反応を行う反応器は特に制限 されないが、反応効率に優れる点で多管式反応器を好ま しく使用することができる。

【0018】例えば、本発明でプロピレン含有ガスを二 段接触気相酸化反応してアクリル酸を製造するには、前 段触媒としてプロピレンを含有する原料ガスを接触気相 酸化反応してアクロレインを製造するに一般的に使用さ れる酸化触媒を使用することができる。同様に、後段触 媒についても特に制限はなく、二段階接触気相酸化法に より前段によって得られる主としてアクロレインを含む 反応ガスを気相酸化してアクリル酸を製造するに一般的 に用いられている酸化触媒を用いることができる。

【0019】前段触媒としては、一般式Moa-Bib -Fec-Ad-Be-Cf-Dg-Ox (Mo, B) i、Feはそれぞれモリブデン、ビスマスおよび鉄を表 し、Aはニッケルおよびコバルトから選ばれる少なくも 一種の元素を表し、Bはアルカリ金属およびタリウムか ら選ばれる少なくとも1種の元素を表し、Cはリン、ニ オブ、マンガン、セリウム、テルル、タングステン、ア ンチモンおよび鉛からなる群より選ばれた少なくとも1 種の元素を表し、Dはケイ素、アルミニウム、ジルコニ ウムおよびチタニウムからなる群より選ばれた少なくと も1種の元素、Oは酸素を表し、a、b、c、d、e、 f、gおよびxは、それぞれMo、Bi、Fe、A、 B、C、DおよびOの原子比を表し、a=12としたと $b = 0.1 \sim 10$, $c = 0.1 \sim 10$, $d = 2 \sim 2$

あり、xは各元素の酸化状態により定まる値である)で 示されるものが例示できる。

【0020】また、後段触媒としては、一般式Moa-Vb-Wc-Cud-Ae-Bf-Cg-Ox(Moは モリブデン、Vはバナジウム、<math>Wはタングステン、Cuは銅、Aはアンチモン、ビスマス、スズ、ニオブ、コバルト、鉄、ニッケルおよびクロムから選ばれる少なくも一種の元素を表し、Bはアルカリ金属、アルカリ土類金属およびタリウムから選ばれる少なくとも1種の元素を表し、Cはケイ素、アルミニウム、ジルコニウムおよび 10セリウムから選ばれた少なくとも1種の元素を表し、Oは酸素を表し、A0、A1、A1、A2、A3 によびA3 によびA4 に、それぞれA5 に、A5 に、A6 に、A7 に A7 に A8 に A8 に A9 に A

【0021】例えば、本発明でイソブチレン、tーブタノール、メチルーtーブチルエーテルを二段接触気相酸化反応でメタクリル酸を得る場合に使用する触媒として20は、例えば前段触媒としてイソブチレン等を含有する原料ガス気相酸化反応してメタクロレインを製造するに一般的に使用される酸化触媒を使用することができる。同様に、後段触媒についても特に制限はなく、二段階接触気相酸化法により前段によって得られる主としてメタクロレインを含む反応ガスを気相酸化してアクリル酸を製造するに一般的に用いられている酸化触媒を用いることができる。

【OO22】具体的には、前段触媒として、一般式Mo a-Wb-Bic-Fed-Ae-Bf-Cg-Dh-Ox (Mo、W、Biはそれぞれモリブデン, タングス テンおよびビスマスを表し、Feは鉄を表し、Aはニッ ケルおよびコバルトを表し、Bはアルカリ金属、アルカ リ土類金属およびタリウムから選ばれる少なくとも1種 の元素を表し、Cはリン、テルル、アンチモン、スズ、 セリウム、鉛、ニオブ、マンガンおよび亜鉛からなる群 より選ばれた少なくとも1種の元素を表し、Dはシリコ ン、アルミニウム、チタニウムおよびジルコニウムから なる群より選ばれた少なくとも1種の元素を表し、〇は 酸素を表す。また、a、b、c、d, e、f, g, h お 40 よびxは、それぞれMo, W、Bi, Fe, A、B、 C、DおよびOの原子数を表し、a=12としたとき、 $b = 0 \sim 10$, c = 0. $1 \sim 10$, d = 0. $1 \sim 20$, $e = 2 \sim 20$, $f = 0 \sim 10$, $g = 0 \sim 4$, $h = 0 \sim 3$ 0、およびxは各々の元素の酸化状態によって定まる数 値をとる。) また、後段触媒は、モリブデンおよびリン を主成分として含有する1種または2種以上の酸化物触 媒であれば、特に限定はされないが、たとえば、リンモ リブデン酸系ヘテロポリ酸あるいはその金属塩が好まし く、一般式Moa-Pb-Ac-Bd-Ce-Df-Oxで表

されるものが好ましい。(式中、Moはモリブデンを表 し、Pはリンを表し、Aはヒ素、アンチモン、ゲルマニ ウム、ビスマス、ジルコニウムおよびセレンからなる群 の中から選ばれた少なくとも1種の元素を表し、Bは 銅、鉄、クロム、ニッケル、マンガン、コバルト、ス ズ、銀、亜鉛、パラジウム、ロジウムおよびテルルから なる群の中から選ばれた少なくとも1種の元素を表し、 Cはバナジウム、タングステンおよびニオブからなる群 の中から選ばれた少なくとも1種の元素を表し、Dはア ルカリ金属、アルカリ土類金属およびタリウムからなる 群の中から選ばれた少なくとも1種の元素を表し、Oは 酸素を表す。また、a、b、c、d、e、fおよびxは それぞれMo、P、A、B、C、DおよびOの原子比を 表し、a=12と固定した時、b=0.5~4、c=0 びxは各々の元素の酸化状態により定まる数値であ る。) 本発明に使用する触媒の焼成温度を除く調製方

る。) 本発明に使用する解媒の焼成価度を除く調製力 法、および混合成形するために用いる酸化モリブデン以 外の原料については特に限定されるものではなく、一般 に用いられている方法および原料を採用することができ る。また、触媒の形状についても特に限定されず、球 状、円柱状、円筒状などとすることができ、成形方法も 担持成形、押し出し成形、打錠成形などを用いることが でき、更に耐火用担体にこれらの触媒物質を担持させた 形態のものも有用である。

[0023] また、(メタ) アクリル酸の捕集工程とは、反応工程で得たガス中に含まれる(メタ) アクリル酸を捕集液で捕集する工程であり、反応ガスのガス成分組成、捕集液の組成、捕集温度等を含む捕集条件は、従来公知の(メタ) アクリル酸の捕集工程の何れの条件をも適用することができる。

[0024] 該捕集工程では、例えば図1による場合では、(メタ)アクリル酸含有ガスをライン4から捕集塔(2)内に導入し、一方、捕集塔の上部から(メタ)アクリル酸を吸収する捕集液(14)をライン11を介して塔内導入して前記ガスと向流接触させて(メタ)アクリル酸を吸収する作用を有する。ここで、捕集塔としては、棚段塔、充填塔、濡れ壁塔、スプレー塔などの公知の捕集塔を用いることができる。かかる捕集塔は、通常、棚段塔または充填塔が好ましく、塔内装物として充填物・棚段がある。充填塔の場合には、その内部には表面積が大きく、通気性のある充填物が規則的にまたは不規則的に詰め込まれていて、充填物が詰め込まれた充填層の表面では気液の接触が行われる。

【0025】供給する溶剤には、水、有機酸含有水、高沸点の不活性疎水性有機液体(ジフェニルエーテル、ジフェニル等)など公知の溶剤を挙げることができ、これらを単独でもしくは混合して用いることができる。かかる溶剤には、(メタ)アクリル酸などの重合性物質の重6を防止するために、メトキノン、酢酸マンガン、ニト

ロソフェノール、クペロン、N-オキシル化合物、ジブチルチオカルバミン酸銅、フェノチアジン、またはハイドロキノンなどの公知の重合禁止剤を適宜加えることが好ましい。

[0026] 捕集塔の処理条件としては、圧力、温度、 吸収液組成、吸収液量によって決定され、温度が低く、 吸収液量が多いことが好ましい条件であるが、次工程に よっても制約を受けるため、これらの要件を加味して適 切な条件に設定される。また、捕集塔内液相中の(メ タ)アクリル酸濃度によって重合のし易さが変化すると 10 とが認められており、(メタ)アクリル酸濃度に基づい て充填物の種類を変更するととが好ましい。すなわち、 通常、捕集の定常状態において、塔内液相中の(メタ) アクリル酸濃度が3~60質量%、好ましくは4~40 質量%、更に好ましくは5~30質量%である場合に、 棚段または充填層(13)に付着する溶液が、この液濃 度より低い濃度の溶液のある内装物側を上流とし、この 液濃度より高い濃度の溶液のある内装物側を下流として 分けるととが好ましい。そして、とのように分けて充填 物を充填した充填層または棚段を、通常、上流および下 20 流にそれぞれ複数設置することにより、(メタ)アクリ ル酸の重合を抑制しながら、効率的に(メタ)アクリル・ 酸を溶剤に吸収することが可能になる。

[0027]次いで、本発明では、該捕集工程で発生した排ガスの一部または全量を、捕集工程と反応工程とに接続させた排ガス配管を介して循環させる。循環は捕集工程の排ガスを直接または有機物を燃焼させ、不活性ガスとしてからのいずれでもよい。このような排ガス配管材としては何ら制限はないが、アクリル酸含有液の供給配管と同じ鋼材、例えば、オーステナイト系鋼管、オー30ステナイト・フェライト系鋼管、フェライト系鋼管等または炭素鋼管で設置することができる。

【0028】本発明は、少なくとも上記工程および配管を含むアクリル酸の製造方法における、排ガス配管の閉塞防止方法であるが、とれをアクリル酸の接触気相酸化反応工程を経る場合を一例として、図1を用いて説明する

【0029】まず、ライン1を経てプロピレンなどの原料(6)を、ライン2を経て不活性ガス(7)を反応器(1)に供給する。反応器(1)には酸化触媒が充填さ 40れ、アクロレインを含む混合ガスが生成する。該ガスをライン3を経て反応器(1))に供給し、アクロレインからアクリル酸を生成させる。得られたガス成分には、目的物たるアクリル酸の他に、アルデヒドなどの(メタ)アクリル酸よりも低沸点の物質、テレフタル酸、安息香酸等の(メタ)アクリル酸より高沸点のカルボン酸やタール状物質等の比較的高沸点の副生物等が含まれる。従って、該アクリル酸含有ガスをアクリル酸捕集塔(2)に供給して、アクリル酸を捕集液に捕集する。なお、本願において、低沸点物質とは、(メタ)アクリル 50

酸より沸点の低い物質をいい、高沸点物質とは、(メタ)アクリル酸より沸点の高い物質をいう。

【0030】該捕集塔(2)で使用する捕集液としては、アクリル酸と酢酸とを含有する難水溶性の溶剤、アクリル酸と酢酸とを含有する水性溶液、難水溶性溶剤単独、または水単独を捕集液として使用してアクリル酸と向流に接触させて捕集する。アクリル酸は、使用する捕集液の組成によって捕集塔に設けた冷却器(11)を介して回収され、または塔底から高濃度にアクリル酸を含有するアクリル酸含有溶液としてライン8、10を経て精製工程(10)(図示しない)に供給される。本発明では、捕集液の種類を問わず、捕集塔(2)の塔頂部から排出するガスの温度を30~70℃、より好ましくは40~65℃、特には40~60℃に調整することが好ましい。なお、該排ガス温度は、反応器(1)、

(1') に供給される原料ガスの濃度や、捕集塔へ供給する反応ガスの温度、捕集液の温度等によって変動する。従って、本発明においては、排ガス温度は、単位時間当たりの平均温度を意味するものとする。

【0031】とのような排ガス温度を得るには、捕集液 の液温、単位時間当たりの循環量、捕集塔に接続する冷 却器の冷却能力などによって変化するのであるが、従来 公知の捕集塔の稼動条件の内、塔頂温度を上記範囲に設 定することで、(メタ)アクリル酸ガスを捕集液中に十 分に吸収できるばかりでなく、例えば低沸点物質である ホルムアルデヒドや昇華性物質であるテレフタル酸等を 捕集液に捕集させることができ、排ガス中へのこれらの 移行を抑制することができることが判明したからであ る。これによって、(メタ)アクリル酸、低沸点物質お よび昇華性物質を排ガスとして排出させる量を調整し、 排ガス配管内での付着による閉塞を効果的に防止できる と共に、(メタ)アクリル酸製造の捕集塔に後続する他 の工程における閉塞を防止し、かつ該排ガスの有効な再 利用を可能なものとすることができるのである。即ち、 該温度が30℃を下回ると捕集塔内のガス成分を冷却す るための過量の熱交換器用冷媒が必要となり、かつ捕集 液における閉塞性物質の濃度が上昇するため、(メタ) アクリル酸の製造における後工程で閉塞の問題を生ず る。その一方、70℃を越えると、(メタ)アクリル酸 の捕集液中への捕集率が低下するだけでなく、捕集塔か ら排ガスされるガス中の昇華性物質の濃度が増加するた め、これを反応工程で循環使用することが困難となるの である。また、上記捕集塔の塔頂部温度で排ガスを排出 させることで、塔底液をライン8および10を経て供給 する (メタ) アクリル酸の製造の次の精製工程(10) での重合や閉塞を防止できると共に、排ガスを有効に再 循環させるととで不活性ガスの廃棄を減らし、環境保全 に寄与すると共に経済性にも優れるのである。

【0032】とのような捕集塔(2)の塔頂の排ガス温度は、特に塔底液をライン8から得て冷却器(11)に

移送して冷却し、次いでライン9を経て塔内に循環させるために付属させた該冷却器(11)の冷却力を変化させて調整することが好ましい。操作が簡便であるからである。その一方、捕集塔(2)に供給する反応性ガス量に対する捕集液量や捕集液温度を変化させると、塔底液内の(メタ)アクリル酸濃度が変動し、次工程での分離能が低下する場合がある。従って、このような冷却器

(11)による冷却によって、捕集塔(2)塔頂の温度を調整するには、捕集塔に供給される接触気相酸化反応器から排出されるガス量に対して、通常2~15リットル/m³の捕集液量、より好ましくは3~12リットル/m³、特には5~10リットル/m³であることが好ましい。尚、該捕集塔からの排ガスの組成は、テルフタル酸およびホルムアルデヒド0.001~0.5体積%、水分3~50体積%、その他有機物0.01~0.2体積%(残りは不活性ガス)である。

【0033】本発明では、該捕集塔(2)の塔頂から排出したガスをライン5 および6で示す排ガス配管を介して反応工程へ循環させるが、循環は排ガスの全量である場合に限られずその一部であって、残りはライン5から 20分岐させたライン7を介して燃焼工程を経て廃棄ガス(9)として廃棄してもよい。しかしながら、とのような廃棄処理用に接続させた排ガス用配管においても、排ガス配管内で昇温および圧縮することで、該配管内の閉塞を効率的に防止することができ、本発明の閉塞防止方法が適用できる。

【0034】ととに反応工程に循環させ、または廃棄処 分するための排ガス流路である排ガス配管では、捕集塔 (2)から得た排ガス温度を同温度に維持するかそれよ り0~50℃、より好ましくは5~40℃、特には10 ~30℃に昇温するととが好ましい。排ガス中には、不 活性ガスや反応工程で副生されたホルムアルデヒドなど の低沸物やテレフタル酸などの昇華性物質がガス状で含 まれる。このような温度の確保によって、排ガス管内を 流れるガス温度は、常に30~120℃の範囲となり、 排ガスのガス状態を維持してこれらの配管内壁への重縮 合物の発生や昇華物の固化を効果的に防止し、これによ って重縮合物や固化した昇華物の付着による閉塞を防止 することができるのである。また、含まれる水分が凝縮 して、配管内に設けられた送風機の翼に付着すると送風 40 能力が低下し、または腐蝕の原因ともなるが、上記温度 に昇温することで、これらを有効に防止することができ る。ととで、上記温度上昇が0℃を下回るととは、該ガ スが冷却されるととを意味するものであり、温度低下に よる凝縮、付着が問題となるからである。その一方、5 0℃を越えても過度の熱源が必要となるばかりでなく送 風機の大型化にもつながり不経済である。(メタ)アク リル酸の反応工程および捕集工程を経て得られた排ガス に含まれるガス組成の範囲においては、これら成分の特 性と相まって上記範囲で含まれる成分のガス状態を維持 50

できるのである。特に、テレフタル酸等は高沸点物質であるが昇華性の化合物でもあるため、上記温度範囲で十分にガス状態を維持することができる。なお、本願明細書では、上記のごとく排ガス温度を単位時間当たりの平均温度と定義したため、該排ガス配管内を流れる排ガス温度 $30\sim120$ °Cも、単位時間当たりの平均温度を意味するものとする。

【0035】なお、昇温温度が0℃とは、排ガスが配管内で配管外部の冷気によって冷却されるために、たとえ昇温しても実際のガス温度が変化しない場合があるからである。また、排ガス温度が維持されて接触酸化反応器に循環できる場合には、排ガスが冷却されずに該排ガス用配管内で凝縮、付着、閉塞が生じない。従って、何らかの保温機構を有するために何等の昇温操作を行わなくても排ガス温度を同温度に維持できる場合は、本発明に含まれる。

【0036】とのような昇温を得るために、本発明では 図2に示すように、捕集塔(2)の塔頂部から、排ガス 配管(15)を設けず、直接熱交換器(3)を接続し、 その出口部に排ガス配管(15)を配置することが好ま しい。このような熱交換器としては、いわゆるフィンチ ューブ式やフレート式を使用できる。これらは、単位体 **積当たりの伝熱面積が多管式熱交換器などと比較すると** 3倍になる程、熱交換率に優れるからである。また、迅 速な加熱が可能である。その一方、配管をジャケットで 被覆する方法では、伝熱面積を確保するために多大な配 管長さ必要となり、また、単位体積当たりの伝熱面積が 小さいために短時間に昇温することが困難で、その結 果、配管に付着物が生成する場合がある。なお、このよ うな昇温装置は排ガス温度を上昇させガス状態を維持す るために設けるものであり、従って、図2に示すように 捕集塔(2)の排ガス排出口に直接またはその近傍に設 けることが好ましい。しかしながら、配管上の問題から これが可能でない場合には、該排出口の最も近傍に設置 しガス温度の上昇を確保する。なお、熱交換器は配管内 のガス成分の気相状態を維持するために、1つに限られ ず該配管に複数設けてもよい。また、排ガスライン6, 7に別個に設置することもできる。

【0037】本発明では、排ガスは圧縮することが好ましい。圧縮によって排ガス配管内の排ガス線速を調整することで、排ガス配管内の凝縮物の付着などを防止できるからである。このような圧縮手段としては圧縮機や送風機の設定が好ましい。なお、本願明細書において、圧縮とは捕集塔(2)から排出された排ガス圧が更に高くなることを意味する。圧力は温度によっても異なるため、昇温によって圧力が上昇する場合には昇温と同時に排ガスが圧縮される。従って、人為的な圧縮操作を行わない場合にも排ガスが圧縮される場合がある。

[0038] 該排ガスの線速は、 $5\sim40$ m/s、より 好ましくは $10\sim30$ m/s、特には $15\sim25$ m/s

発明において、「ミスト」とは、気体中に浮遊する液体 および固体物質を総称するものとする。

であることが好ましい。5m/sを下回ると、ガス成分 の滞留が生じる結果、配管内にガス成分自体、または発 生した縮合物の付着が生じこれによって閉塞が起こる場 合がある。これに対し40m/sを越えると、圧力損失 が増大すると共に配管の曲部でとれらの付着が生じ、配 管を腐蝕する原因ともなる。この様な線速は、排ガス配 管に排ガスを圧縮するための送風機(4)等の圧縮機を 接続させたり、または配管径の調整をすることで達成で きる。とのような線速とすることで、(メタ)アクリル 酸の反応ガス中に含まれるミストによって、送風機の翼 10 に水分が付着する結果生ずる、送付能力の低下やミスト 付着による腐蝕を防止することができるのである。

【0044】排ガス中のミストの分離除去は、ミストの 分離除去に一般に用いられているミスト分離器を用いて 行なうことができる。なかでも、重力分離式ミスト分離 器、遠心分離器式ミスト分離器および衝突分離式ミスト 分離器が好適に用いられる。

【0039】なお、該排ガスは、上記のごとく反応器

【0045】分離除去するミストの大きさについては、 できるだけ小さいミストまで分離除去するのが好ましい が、粒径が1000μm程度、好ましくは800μm程 度までのミストを分離除去することで閉塞物の付着防止 効果があり、特に粒径が 100 μ m程度、あるいは 40 μ m程度、あるいはさらに 10μ m程度までのミストを分 離除去すれば閉塞物の付着を更に効果的に防止すること ができる。なお、粒径が10μm以下のミストまで分離 除去しようとするとミスト分離器自体へこれらが付着す る危険がある。なお、衝突分離式ミスト分離器の場合に は、分離器自体の付着物詰まりを考慮して、できるだけ 構造の簡単なものを選ぶのがよい。

(1)、(1') に供給される原料ガスの流量や配管ラ イン4の温度、捕集塔(2)の圧力等によって変動する ため線速が変化する。従って、本発明においては、排ガ スの線速は、該排ガス用配管の特定位置における単位時 間当たりの平均線速を意味するものとする。従って、該 線速が5~40m/sとは、該排ガス用配管全域におけ る平均線速を意味するものではなく、排ガス用配管のい 20 ずれの箇所においても5~40m/sを満たすものとす

【0046】上記ミスト分離器の設置場所は特に制限は なく、捕集塔直後の配管、排ガスを希釈ガスとして気相 酸化反応器にリサイクルする配管(例えば、この配管に 設けられたブロワー、熱交換器などの前)、あるいは排 ガスを廃ガスとして処理するための、例えば燃焼装置へ の配管などに設置することができる。また、1箇所に設 置しても、あるいは複数箇所に設置してもよい。

【0040】本発明においては、排ガスの配管は、図1 に示すライン6の不活性ガス供給ライン接続させる。該 排ガスから反応器に至るラインの途中に流量調整機器

> 【0047】本発明の第二は、少なくとも(メタ)アク リル酸の接触気相反応工程とその捕集工程とを含む(メ タ)アクリル酸の製造方法において、該捕集工程の排ガ ス出□温度が30~70℃の排ガスの一部または全量を 排ガス配管を介して該反応工程に循環する際に、該排ガ スを捕集工程排ガス温度と同温度に維持するかそれより 昇温し、かつ圧縮することを特徴とする(メタ)アクリ ル酸の製造方法である。上記の通り、該捕集工程の排ガ ス出□温度を30~70℃にすると、排ガスに含まれる ホルムアルデヒド等の低沸点物質やテレフタル酸等の昇 華性物質の量を望ましい範囲に調整することができる。 とのため、該範囲に調温することで、これらの成分を反 応工程で有効に直接再使用することができるのである。 しかも、捕集塔からの(メタ)アクリル酸含有溶液中に 40 おける低沸物や昇華性物質の量が多量であれば、これに 連続する精製工程でとれらの物質による付着、重縮合に

(5)を設けることで、不活性ガスを多量に含有する排 ガスを安定に供給して接触気相酸化反応で使用すること ができる。

> ある。 【0048】本発明の第二においては、該配管の昇温温 度は第一の発明で説明および定義したと同様に0~50 °Cであり、より好ましい範囲やその理由は第一の発明と 同旨である。また、該排ガスの線速も第一の発明で説明

よる閉塞が生じるが、本発明はこれを防止して、(メ

タ) アクリル酸製造工程における閉塞を防止できるので

【0041】本発明では、捕集塔(2)の塔底から得た アクリル酸含有溶液をこれに連続する精製工程(図示し ない)に供給し、アクリル酸を製造することができる。 とのような精製工程としては、従来公知の工程を含むと とができる。

【0042】以上、アクリル酸を例にして説明したが、 反応器(1)や(1.)に供給する原料を変えてメタア クリル酸を製造することもできる。

[0043] 本発明では、該捕集工程で排出したガスを 排ガス配管を介して循環使用しまたは廃棄する際に、該 ガスに含まれるミストを分離除去することが好ましい。 ミストが配管内に浮遊すると、排ガスをリサイクルする 際、残ガスが通過する配管、機器などにはスケールが付 着し、その程度がひどい時には、運転を中止し、人為的 あるいは化学的に除去することは余儀なくされている場 合がある。しかしながら、捕集塔からの排ガスに起因す るスケールの付着は、ミストの除去によって効果的に防 止することができる。このため、捕集塔からの排出ガス を、排出時の温度である捕集工程排ガス温度と同じ温度 に調温することに加えて、該ガスの昇温の前および/ま たは後にミストを分離・除去することにより、排ガス配 管内の閉塞を効果的に防止することができる。なお、本 50 および定義したと同様の範囲が好ましく、その理由も同 旨である。該排ガス配管で生じる閉塞や送風能力の低下は、捕集塔からの排ガスの再利用を妨げるが、閉塞を防止することでこれらの利用の効率化が図られる。

【0049】また、本発明の第二の発明における「該排ガスを捕集工程排ガス温度と同温度に維持するかそれより昇温」する態様には、第一の発明、排ガス配管の閉塞防止方法のいずれの態様を含むことができる。

[0050]

【実施例】以下、本発明の実施例により具体的に説明する。

【0051】(実施例1)図1に示すアクリル酸の装置を用い、アクリル酸の反応および吸収を行った。プロピレン7体積%、酸素12体積%、水7体積%、その他の不活性ガス74体積%からなる原料ガスを、毎時410Nm,で反応器(1)に供給した。

【0052】反応器(1')から得た反応ガスは、温度 280℃であり、その組成はアクリル酸5.8体積%, 水14.8体積%,不活性ガス76.3体積%、その 他、酢酸、テレフタル酸、ホルムアルデヒド、マレイン 酸等の合計3.1体積%であった。該アクリル酸含有ガ 20 スを捕集塔(2)へ温度150℃に冷却した後に供給し -た。捕集塔(2)は下部より内径400mmでカスケー ドミニリング2P (ドッドウェル社)の充填層長200 0mm、内径250mmでカスケードミニリング2Pの 充填層長2150mmを2節、内径250mmでスルザ -BX(住友重機械工業社)の充填層長1580mmを 2節からなる。ととに重合禁止剤としてハイドロキノン 100ppmを含む水を捕集液として使用し、その温度 を40℃として毎時50リットル/hで捕集塔(2)に 供給しかつ塔底液を冷却器(11)を介して塔頂温度を 30 60℃になるように冷却した後、捕集塔(2)に循環さ せた。

【0053】塔頂圧力は10000Pa(ゲージ圧)で 運転し、アクリル酸を捕集した。また塔頂より排出され るガスも、温度60℃であり、その組成は、アクリル酸 0.04体積%、水17.9体積%、不活性ガス81. 77体積%、その他低沸点物質の合計0.29体積%、 昇華性物質の合計0.05体積ppmであった。

【0054】次いで、得られた排ガスの一部を毎時146Nm³でフィンチューブ型熱交換器を使用し85℃まで昇温させ、ライン6を介して反応器(1)へ循環した。ライン6に設けた流量調整機器(5)を介して排ガスの反応器(1)への供給量を調整して使用した。該排ガス配管内のガス温度は、84.7℃であった。また、熱交換器を含めた線速の最小部は6m/s、最大部は38m/sであった。なお、実施例1における各温度および線速は、単位時間当たりの平均値である。

【0055】1ヶ月間連続稼働後、循環ガスラインの点 3.1体積%であった。該アクリル酸含有ガスを捕集塔検を実施した結果、付着物は見られなかった。また、1 (2)へ温度150℃で供給した。捕集塔(2)は下部年後圧縮機を点検したが、腐蝕や閉塞は全く観察されな 50 より内径400mmでカスケードミニリング2P(ドッ

かった。

【0056】捕集塔(2)で得た塔底液をライン8および10を経て図示しない精製塔に供給した。尚、塔底のアクリル酸の濃度は、62.4質量%であった。1年後に該精製塔内を点検したが、腐蝕や閉塞は全く観察されなかった。

14

【0057】(比較例1)排ガスを昇温しない以外は実施例1と同一条件で運転した。該排ガス配管内のガス温度は、59.8 \mathbb{C} であった。

10 【0058】1カ月間連続稼働後、循環ガスラインの点 検を実施した結果、ライン内面の全域にわたり付着物が みられ、特に循環ガスの流量制御弁には多量のテレフタ ル酸およびホルムアルデヒドの縮重合物が付着してい た。また、1年後圧縮機を点検したが、インペラ部にミ ストが原因と思われる摩耗がみられた。

【0059】捕集塔(2)で得た塔底液をライン8および10を経て図示しない精製塔に供給した。尚、塔底のアクリル酸の濃度は62.4質量%であった。1年後に該精製塔塔内を点検したが、腐蝕や閉塞は全く観察されなかった。

【0060】(実施例2)図1に示すアクリル酸の装置を用い、実施例1と同様に操作して、捕集塔(2)から、排ガスを得た。次いで、該排ガスの昇温温度を、110℃とした以外は実施例1と同様にして排ガスを反応器(1)に循環させた。該排ガス配管内のガス温度は、109.5℃であった。また、熱交換器を含めた線速は最小部で3m/s、最大部で41m/sであった。なお、実施例2における各温度および線速は、単位時間当たりの平均値である。

【0061】1ヶ月間連続稼働後、循環ガスラインの点検を実施した結果、線速が5m/s未満、および40m/sをこえる部分に若干の付着物が見られた。また、1年後圧縮機を点検したが、特に閉塞は腐蝕は検出されなかった。

【0062】捕集塔(2)で得た塔底液をライン8および10を経て図示しない精製塔に供給した。尚、塔底液の組成は、実施例1と同じである。1年後に該精製塔塔内を点検したが、腐蝕や閉塞は全く観察されなかった。【0063】(実施例3)図1に示すアクリル酸の装置40を用い、アクリル酸の反応および吸収を行った。プロピレン7体積%、酸素13体積%、水7体積%、その他の不活性ガス73体積%からなる原料ガスを、毎時399Nm³で反応器(1)に供給した。

【0064】反応器(1')から得た反応ガスは、温度280℃であり、その組成はアクリル酸6.0体積%、水15.4体積%、不活性ガス75.5体積%、その他テレフタル酸、ホルムアルデヒド、マレイン酸の合計3.1体積%であった。該アクリル酸含有ガスを捕集塔(2)へ温度150℃で供給した。捕集塔(2)は下部より内径400mmでカスケードミニリング2P(ドッ

40

ドウェル社)の充填層長2000mm、内径250mm でカスケードミニリング2Pの充填層長2150mmを 2節、内径250mmでスルザーBX(住友重機械工業 社)の充填層長1580mmを2節からなる。ことに重 合禁止剤としてハイドロキノン100ppmを含む水を 捕集液として使用し、その温度を40℃として毎時25 リットル/hで捕集塔(2)に供給し、かつ塔底液を冷 却器 (11)を介して塔頂温度が43℃となるように冷 却した後、捕集塔(2)に循環させた。

【0065】塔頂圧力は10000Pa(ゲージ圧)で 10 運転し、アクリル酸を捕集した。また塔頂より排出され るガスは、温度43℃であり、その組成は、アクリル酸 0.001体積%、水7.8体積%、不活性ガス91. 90体積%、その他低沸点物質の合計0.3体積%、昇 華性物質の合計 0.03体積ppmであった。

【0066】次いで、得られた排ガスの一部を毎時11 8 N m³でフィンチューブ型熱交換器を使用し90℃ま で昇温させ、ライン6を介して反応器(1)へ循環し た。ライン6に設けた流量調整機器(5)を介して排ガ スの反応器(1)への供給量を調整して使用した。該排 20 ガス配管内のガス温度は、89.7℃であった。また、 熱交換器を含めた線速は、最小部5m/s、最大部32 m/sであった。なお、実施例3における各温度および 線速は、単位時間当たりの平均値である。

【0067】1 ケ月間連続稼働後、循環ガスラインの点 検を実施した結果、付着物は見られなかった。また、1 年後圧縮機を点検したが、腐蝕や閉塞は全く観察されな かった。

【0068】捕集塔(2)で得た塔底液をライン8およ び10を経て図示しない精製塔に供給した。尚、塔底の アクリル酸の濃度は、57.6質量%であった。1年後 に該精製塔塔内を点検したが、腐蝕や閉塞は全く観察さ れなかった。

【0069】(実施例4)図1に示すアクリル酸の装置 を用い、アクリル酸の反応および吸収を行った。プロピ レン7体積%、酸素12体積%、水6体積%、その他の 不活性ガス75体積%からなる原料ガスを、毎時399 Nm'で反応器(1)に供給した。

【0070】反応器(1')から得た反応ガスは、温度 280℃であり、その組成はアクリル酸6.0体積%. 水13.9体積%,不活性ガス77.0体積%、その他 テレフタル酸、ホルムアルデヒド、マレイン酸の合計 3. 1体積%であった。該アクリル酸含有ガスを捕集塔 (2) へ温度150℃で供給した。捕集塔(2)は下部 より内径400mmでカスケードミニリング2P(ドゥ ドウェル社)の充填層長2000mm、内径250mm でカスケードミニリング2Pの充填層長2150mmを 2節、内径250mmでスルザーBX(住友重機械工業 社)の充填層長1580mmを2節からなる。ととに重 合禁止剤としてハイドロキノン100ppmを含む水を 50 却した後、捕集塔(2)に循環させた。

捕集液として使用し、その温度を40℃として毎時25 リットル/hで捕集塔(2)に供給し、かつ塔底液を冷 却器(11)を介して塔頂温度が25℃となるように冷 却した後、捕集塔(2)に循環させた。

16

【0071】塔頂圧力は10000Pa(ゲージ圧)で 運転し、アクリル酸を捕集した。また塔頂より排出され るガスは、温度25℃であり、その組成は、アクリル酸 は検出されず、水2.8体積%、不活性ガス97.00 体積%、その他低沸点物質の合計0.2体積%、昇華性 物質の合計0.01体積ppmであった。

【0072】次いで、得られた排ガスの一部を毎時11 8 N m³でフィンチューブ型熱交換器を使用し90℃ま で昇温させ、ライン6を介して反応器(1)へ循環し た。ライン6に設けた流量調整機器(5)を介して排ガ スの反応器(1)への供給量を調整して使用した。該排 ガス配管内のガス温度は、89.7℃であった。また、 線速の最小部は5m/s、最大部は32m/sであっ た。なお、実施例4における各温度および線速は、単位 時間当たりの平均値である。

【0073】1ケ月間連続稼働後、循環ガスラインの点 検を実施した結果、付着物は見られなかった。また、1 年後圧縮機を点検したが、とくに閉塞や腐蝕は全く観察 されなかった。

【0074】捕集塔(2)で得た塔底液をライン8およ び10を経て図示しない精製塔に供給した。尚、塔底の アクリル酸の濃度は、54.0質量%であった。1年後 に該精製塔塔内を点検したところ、塔頂と凝縮器との接 続ラインや凝縮器と真空発生装置との接続ラインにおい て重合物付着が観察された。

【0075】(実施例5)図1に示すアクリル酸の装置 を用い、アクリル酸の反応および吸収を行った。プロビ レン7体積%、酸素12体積%、水8体積%、その他の 不活性ガス73体積%からなる原料ガスを、毎時410 Nm'で反応器(1)に供給した。

【0076】反応器(1))から得た反応ガスは、温度 280℃であり、その組成はアクリル酸5.8体積%。 水15.6体積%,不活性ガス75.5体積%、その他 テレフタル酸、ホルムアルデヒド、マレイン酸の合計 3. 1体積%であった。該アクリル酸含有ガスを捕集塔 (2) へ温度180℃で供給した。捕集塔(2) は下部 より内径400mmでカスケードミニリング2P(ドッ ドウェル社)の充填層長2000mm、内径250mm でカスケードミニリング2Pの充填層長2150mmを 2節、内径250mmでスルザーBX(住友重機械工業 社)の充填層長1580mmを2節からなる。ととに重 合禁止剤としてハイドロキノン 1 0 0 p p mを含む水を 捕集液として使用し、その温度を60℃として毎時90 リットル/hで捕集塔(2)に供給し、かつ塔底液を冷 却器 (11)を介して塔頂温度が70℃となるように冷

【0077】塔頂圧力は10000Pa(ゲージ圧)で 運転し、アクリル酸を捕集した。また塔頂より排出され るガスは、温度70℃であり、その組成は、アクリル酸 0.02体積%、水28.3体積%、不活性ガス71. 48体積%、その他低沸点物質の合計0.02体積%、 昇華性物質の合計0.04体積ppmであった。

【0078】次いで、得られた排ガスの全量を燃焼後、 不活性ガスとし、その一部を毎時140Nm³でフィン チューブ型熱交換器を使用し80℃まで昇温させ、ライ ン6を介して反応器(1)へ循環した。ライン6に設け 10 た流量調整機器(5)を介して排ガスの反応器(1)へ の供給量を調整して使用した。該排ガス配管内のガス温 度は、79.9℃であった。また、線速は、最小部18 m/s、最大部20m/sであった。なお、実施例5に おける各温度および線速は、単位時間当たりの平均値で

【0079】1ヶ月間連続稼働後、循環ガスラインの点 検を実施した結果、付着物は見られなかった。また、1 年後圧縮機を点検したが、とくに閉塞や腐蝕は全く観察 されなかった。

【0080】捕集塔(2)で得た塔底液をライン8およ び10を経て図示しない精製塔に供給した。尚、塔底の アクリル酸の濃度は、64.0質量%であった。1年後 に該精製塔塔内を点検したが、腐蝕や閉塞は全く観察さ れなかった。

【0081】(実施例6)図1に示すアクリル酸の装置 を用い、昇温前に捕集限界ミスト粒径が800µmであ る重力分離式ミスト分離器を用いて排ガス中のミストを 分離した以外は実施例2と同様に操作して、排ガスを反 応器(1)に循環させた。

【0082】1ヶ月間連続稼働後、循環ガスラインの点 検を実施した結果、ほとんど付着物は見られなかった。 また、1年後圧縮機を点検したが、特に閉塞や腐蝕は検 出されなかった。

[0083] 捕集塔(2) で得た塔底液をライン8およ び10を経て図示しない精製塔に供給した。尚、塔底液 の組成は、実施例1と同じである。1年後に該精製塔塔 内を点検したが、腐蝕や閉塞は全く観察されなかった。

【発明の効果】本発明によれば、(メタ)アクリル酸捕 40 2…不活性ガスライン 集工程で排出したガスの温度を所定範囲に設定すること で、該ガスに含まれる水分、低沸点物質や昇華性物質な どの量を望ましい範囲に調整でき、これによって該配管 におけるこれらの物質によって引き起とされる閉塞を防 止することができる。特に該配管内を昇温することで低

沸物や昇華性物質のガス状態を維持できる。しかも、所 定の線速を確保するととで、曲部を有する配管中でも水

分、低沸物質、昇華性物質の付着を防止し、有効に閉塞 を防止することができる。

【0085】また、本発明によれば、(メタ)アクリル 酸捕集工程で排出したガスの温度を所定範囲に設定する ことで、該捕集塔の(メタ)アクリル酸含有溶液中に含 まれる低沸物や昇華性物質の含有量を望ましい範囲に調 整でき、該(メタ)アクリル酸含有溶液の以降の精製段 階におけるこれらの物質による閉塞を防止することがで きる。しかも該排ガス中に含まれる低沸物や昇華性物質 などの量も望ましい範囲に調整できるために、これを有 効に反応工程で再使用することができる。

【0086】また、捕集塔から反応工程とを接続する排 ガス用の配管内のガス温度の昇温は、フィンチューブ式 熱交換器やプレート式熱交換器を使用すると、特に短時 間で目的温度に昇温できるために、特に有効である。

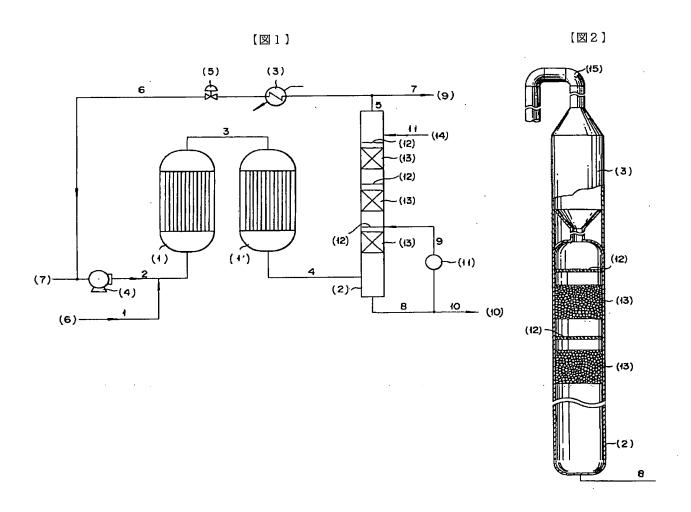
【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明の一実施態様である、捕集塔と反応工 20 程に至る排ガス配管に熱交換器を備える(メタ)アクリ ル酸の製造工程を示す図である。

【図2】 捕集塔への熱交換器の配置の態様を示す図で ある。

【符号の説明】

- (1)、(1')…反応器
- (2) …捕集塔
- (3) …熱交換器
- (4)・・・送風機
- (5) …流量制御弁
- (6)…原料 30
 - (7) …不活性ガス
 - (9) …廃棄ガス
 - (10) …精製工程
 - (11) …冷却器
 - (12) · · · 液分散器
 - (13) · · · 充填層
 - (14) …捕集液 (15) …排ガス配管
 - 1 · · · 原料ガスライン
 - - 3、4・・・反応ガスライン
 - 5、6、7・・・排ガスライン
 - 8、9、10…塔底液ライン
 - 11…捕集液ライン



フロントページの続き

(72)発明者 中原 整

兵庫県姫路市網干区興浜字西沖992番地の

1 株式会社日本触媒内

(72)発明者 ▲いな▼田 操

兵庫県姫路市網干区興浜字西沖992番地の

1 株式会社日本触媒内

(72)発明者 平尾 晴紀

兵庫県姫路市網干区興浜字西冲992番地の

1 株式会社日本触媒内

(72)発明者 髙村 守

兵庫県姫路市網干区興浜字西沖992番地の

1 株式会社日本触媒内

Fターム(参考) 4H006 AA02 AA04 AC11 AC46 BD33 BD52 BD82